

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**GALLIUM NITRIDE COMPOUND SEMICONDUCTOR LIGHT EMITTING ELEMENT**

Patent Number: JP5308154  
Publication date: 1993-11-19  
Inventor(s): SASA MICHINARI; others: 03  
Applicant(s): TOYODA GOSEI CO LTD  
Requested Patent: ☐ JP5308154  
Application Number: JP19920137713 19920428  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L33/00  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To improve blue light emitting intensity of a light emitting diode made of GaN compound semiconductor.

**CONSTITUTION:** A gallium nitride compound semiconductor light emitting element has an N-type layer made of N-type gallium nitride compound semiconductor (Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N; including X=0) and an I-type layer made of I-type gallium nitride compound semiconductor (Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N; including X=0). The I-type layer is formed sequentially from the side connected to the N-type layer 4 in a double layer structure of a low impurity concentration IL-type layer 5 having a Zn concentration of  $1 \times 10^{17} \sim 5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  and formed in thickness of 0.5-5  $\mu\text{m}$  at a growing temperature of 1000-1200 deg.C and a high impurity concentration IH-type layer 6 having a Zn concentration of  $1 \times 10^{19} \sim 1 \times 10^{21} / \text{cm}^3$  and formed in thickness of 0.1-1  $\mu\text{m}$  at a growing temperature of 800-950 deg.C.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開 号

特開平5-308154

(43)公開日 平成5年(1993)11月19日

(51)IntCl.  
H01L 33/00

識別記号 庁内整理番号  
C 8834-4M

FI

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-137713  
(22)出願日 平成4年(1992)4月28日

(71)出願人 000241463  
豊田合成株式会社  
愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1  
番地  
(72)発明者 佐々 道成  
愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1  
番地 豊田合成株式会社内  
(72)発明者 加藤 久喜  
愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1  
番地 豊田合成株式会社内  
(74)代理人 井理士 藤谷 修

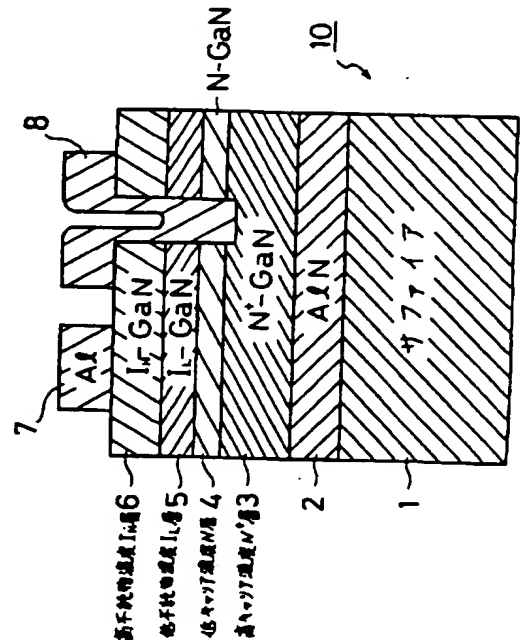
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 窒化ガリウム系化合物半導体発光素子

(57)【要約】

【目的】 GaN 系の化合物半導体の発光ダイオードの青色の発光強度の向上。

【構成】 N型の窒化ガリウム系化合物半導体 ( $Al_xGa_{1-x}N$ ;  $x=0$ を含む) からなるN層と、P型不純物を添加したI型の窒化ガリウム系化合物半導体 ( $Al_xGa_{1-x}N$ ;  $x=0$ を含む) からなるI層とを有する窒化ガリウム系化合物半導体発光素子において、I層を、N層4と接合する側から順に、成長温度1000~1200℃で厚さ0.1~5  $\mu m$ に形成されたZn濃度  $1 \times 10^{17} \sim 5 \times 10^{18}/cm^3$  の低不純物濃度I<sub>L</sub>層5と、成長温度800~950℃で厚さ0.1~1  $\mu m$ に形成されたZn濃度  $1 \times 10^{19} \sim 1 \times 10^{21}/cm^3$  の高不純物濃度I<sub>H</sub>層6との二重層構造としたことを特徴とする。



R006782

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 N型の窒化ガリウム系化合物半導体( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$ を含む)からなるN層と、P型不純物を添加したI型の窒化ガリウム系化合物半導体( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$ を含む)からなるI層とを有する窒化ガリウム系化合物半導体発光素子において、

前記I層を、前記N層と接合する側から順に、成長温度1000～1200℃で厚さ0.1～5  $\mu\text{m}$ に形成されたZn濃度  $1 \times 10^{17} \sim 5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  の低不純物濃度  $I_L$  層と、成長温度800～950℃で厚さ0.1～1  $\mu\text{m}$ に形成されたZn濃度  $1 \times 10^{19} \sim 1 \times 10^{21} / \text{cm}^3$  の高不純物濃度  $I_H$  層との二重層構造としたことを特徴とする発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は青色発光の窒化ガリウム系化合物半導体発光素子に関する。

【0002】

【従来技術】従来、青色の発光ダイオードとしてGaN系の化合物半導体を用いたものが知られている。そのGaN系の化合物半導体は直接遷移であることから発光効率が

【0003】このようなGaN系の化合物半導体を用いた発光ダイオードは、サファイア基板上に直接又は窒化アルミニウムから成るバッファ層を介在させて、N導電型のGaN系の化合物半導体から成る高キャリア濃度  $N^+$  層と低キャリア濃度N層と、その低キャリア濃度N層の上に低不純物濃度  $I_L$  層と高不純物濃度  $I_H$  層とを成長させた構造をとっている(特開平3-252177号公報)。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記構造の発光ダイオードの発光強度は未だ十分ではなく、改良が望まれている。そこで、本発明の目的は、GaN系の化合物半導体の発光ダイオードの青色の発光強度を向上させることである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、N型の窒化ガリウム系化合物半導体( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$ を含む)からなるN層と、P型不純物を添加したI型の窒化ガリウム系化合物半導体( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$ を含む)からなるI層とを有する窒化ガリウム系化合物半導体発光素子において、I層を、N層と接合する側から順に、成長温度1000～1200℃で厚さ0.1～5  $\mu\text{m}$ に形成されたZn濃度  $1 \times 10^{17} \sim 5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  の低不純物濃度  $I_L$  層と、成長温度800～950℃で厚さ0.1～1  $\mu\text{m}$ に形成されたZn濃度  $1 \times 10^{19} \sim 1 \times 10^{21} / \text{cm}^3$  の高不純物濃度  $I_H$  層との二重層構造としたことを特徴とする。

【0006】又、上記低不純物濃度  $I_L$  層のZn濃度は  $1 \times 10^{17} \sim 5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  である。Zn濃度が  $5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  以上となると発光ダイオードの直列抵抗が増大したり

立上がり電圧が上昇するので望ましくなく、 $1 \times 10^{17} / \text{cm}^3$  以下となるとN導電型となるので望ましくない。

又、低不純物濃度  $I_L$  層の膜厚は、0.1～5  $\mu\text{m}$  である。膜厚が5  $\mu\text{m}$  以上となると発光ダイオードの直列抵抗が増大したり立上がり電圧が上昇するので望ましくなく、膜厚が0.1  $\mu\text{m}$  以下となるとI層を2重にする効果が小さい。又、低不純物濃度  $I_L$  層の成長温度は、1000～1200℃である。この温度範囲で成長させた時、低不純物濃度  $I_L$  層の結晶性が高い。

【0007】又、上記高不純物濃度  $I_H$  層のZn濃度は  $1 \times 10^{19} \sim 1 \times 10^{21} / \text{cm}^3$  である。Zn濃度が  $1 \times 10^{21} / \text{cm}^3$  以上となると結晶性が悪化するのための望ましくなく、 $1 \times 10^{19} / \text{cm}^3$  以下となると発光強度が低下するので望ましくない。又、高不純物濃度  $I_H$  層の膜厚は、0.1～1  $\mu\text{m}$  である。膜厚が1  $\mu\text{m}$  以上となると高抵抗となって駆動電圧が高くなるので望ましくなく、膜厚が0.1  $\mu\text{m}$  以下となると発光強度が低下する。又、高不純物濃度  $I_H$  層の成長温度は800～950℃である。この範囲の時には結晶性を高くでき発光効率が向上した。

【0008】

【発明の作用及び効果】本発明は、I層をN層と接合する側から順に、Zn不純物が比較的低濃度の低不純物濃度  $I_L$  層とZn不純物が比較的高濃度の高不純物濃度  $I_H$  層との二重層構造としたことで、発光ダイオードの青色の発光強度を増加させることができた。即ち、I層をZn濃度が異なる2重層構造としたことで、発光効率を向上させることができた。

【0009】

【実施例】以下、本発明を具体的な実施例に基づいて説明する。図1において、発光ダイオード10は、サファイア基板1を有しており、そのサファイア基板1に500 ÅのAlNのバッファ層2が形成されている。そのバッファ層2の上には、順に、膜厚約2.2  $\mu\text{m}$ 、キャリア濃度  $1.5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  のGaNから成る高キャリア濃度  $N^+$  層3、膜厚約1.1  $\mu\text{m}$ 、キャリア濃度  $1 \times 10^{15} / \text{cm}^3$  のGaNから成る低キャリア濃度N層4、Zn濃度  $2 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  の低不純物濃度  $I_L$  層5及びZn濃度  $1 \times 10^{20} / \text{cm}^3$  の高不純物濃度  $I_H$  層6とが形成されている。そして、高不純物濃度  $I_H$  層6に接続するアルミニウムで形成された電極7と高キャリア濃度  $N^+$  層3に接続するアルミニウムで形成された電極8とが形成されている。

【0010】次に、この構造の発光ダイオード10の製造方法について説明する。上記発光ダイオード10は、有機金属化合物気相成長法(以下「MOVPE」と記す)による気相成長により製造された。用いられたガスは、 $\text{NH}_3$  とキャリアガス $\text{H}_2$  とトリメチルガリウム( $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ ) (以下「TMG」と記す)とトリメチルアルミニウム( $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ) (以下「TMA」と記す)とシラン( $\text{SiH}_4$ )とジエチル亜鉛(以下「DEZ」と記す)である。

【0011】まず、有機洗浄及び熱処理により洗浄した

c面を主面とする単結晶のサファイア基板1をMOVPE装置の反応室に設置されたサセプタに装着する。次に、常圧で $H_2$ を2Liter/分で反応室に流しながら温度1100℃でサファイア基板1を気相エッチングした。

[0012] 次に、温度を400℃まで低下させて、 $H_2$ を20Liter/分、 $NH_3$ を10Liter/分、TMAを $1.8 \times 10^{-5}$ モル/分で供給してAlNのパッファ層2が約500Åの厚さに形成された。

[0013] 次に、サファイア基板1の温度を1150℃に保持し、 $H_2$ を20Liter/分、 $NH_3$ を10Liter/分、TMGを $1.7 \times 10^{-4}$ モル/分、 $H^2$ で0.86ppmまで希釈したシラン( $SiH_4$ )を200mliter/分の割合で30分間供給し、膜厚約2.2μm、キャリア濃度 $1.5 \times 10^{18}/cm^3$ のGaNから成る高キャリア濃度 $N^+$ 層3を形成した。

[0014] 続いて、サファイア基板1の温度を1150℃に保持し、 $H_2$ を20Liter/分、 $NH_3$ を10Liter/分、TMGを $1.7 \times 10^{-4}$ モル/分の割合で15分間供給し、膜厚約1.1μm、キャリア濃度 $1 \times 10^{15}/cm^3$ のGaNから成る低キャリア濃度 $N$ 層4を形成した。

[0015] 次に、サファイア基板1を1150℃にして、 $H_2$ を20Liter/分、 $NH_3$ を10Liter/分、TMGを $1.7 \times 10^{-4}$ モル/分、DEZを $1.5 \times 10^{-4}$ モル/分の割合で15分間供給して、膜厚1.1μm、GaNから成るZn濃度 $2 \times 10^{18}/cm^3$ の低不純物濃度 $I_L$ 層5を形成した。

[0016] 続いて、サファイア基板1を900℃にして、 $H_2$ を20Liter/分、 $NH_3$ を10Liter/分、TMGを $1.7 \times 10^{-4}$ モル/分、DEZを $1.5 \times 10^{-4}$ モル/分の割合で3分間供給して、膜厚0.2μm、GaNから成るZn濃度 $1 \times 10^{20}/cm^3$ の高不純物濃度 $I_H$ 層6を形成した。このようにして、図2に示すような多層構造が得られた。

[0017] 次に、図3に示すように、高不純物濃度 $I_H$ 層6の上に、スパッタリングにより $SiO_2$ 層11を2000Åの厚さに形成した。次に、その $SiO_2$ 層11上にフォトレジスト12を塗布して、フォトリソグラフにより、そのフォトレジスト12を高キャリア濃度 $N^+$ 層3に対する電極形成部位のフォトレジストを除去したパターンに形成した。

[0018] 次に、図4に示すように、フォトレジスト12によって覆われていない $SiO_2$ 層11をフッ酸系エッチング液で除去した。次に、図5に示すように、フォトレジスト12及び $SiO_2$ 層11によって覆われていない部位の高不純物濃度 $I_H$ 層6とその下の低不純物濃度 $I_L$ 層5と低キャリア濃度 $N$ 層4と高キャリア濃度 $N^+$ 層3の上面一部を、真空度0.04Torr、高周波電力0.44W/cm<sup>3</sup>、 $CCl_2F_2$ ガスを10cc/分でドライエッチングした後、

Arでドライエッチングした。

[0019] 次に、図6に示すように、 $I_H$ 層6上に残っている $SiO_2$ 層11をフッ酸で除去した。次に、図7に示すように、試料の全全面に、Al層13を蒸着により形成した。そして、そのAl層13の上にフォトレジスト14を塗布して、フォトリソグラフにより、そのフォトレジスト14が高キャリア濃度 $N^+$ 層3及び高不純物濃度 $I_H$ 層6に対する電極部が残るように、所定形状にパターン形成した。

[0020] 次に、図7に示すようにそのフォトレジスト14をマスクとして下層のAl層13の露出部を硝酸系エッチング液でエッチングし、フォトレジスト14をアセトンで除去し、高キャリア濃度 $N^+$ 層3の電極8、高不純物濃度 $I_H$ 層6の電極7を形成した。

[0021] このようにして、図1に示すようにMIS(Meta-Insulator-Semiconductor)構造の窒化ガリウム系発光素子を製造することができる。このようにして製造された発光ダイオード10の発光強度を測定したところ、2mcdであった。これは、従来の発光ダイオードに比べて、発光強度が10倍に向上した。又、発光面を顕微鏡した所、発光点の数が飛躍的に増加していることも観察された。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の具体的な一実施例に係る発光ダイオードの構成を示した構成図。

【図2】同実施例の発光ダイオードの製造工程を示した断面図。

【図3】同実施例の発光ダイオードの製造工程を示した断面図。

【図4】同実施例の発光ダイオードの製造工程を示した断面図。

【図5】同実施例の発光ダイオードの製造工程を示した断面図。

【図6】同実施例の発光ダイオードの製造工程を示した断面図。

【図7】同実施例の発光ダイオードの製造工程を示した断面図。

10…発光ダイオード

1…サファイア基板

2…パッファ層

3…高キャリア濃度 $N^+$ 層

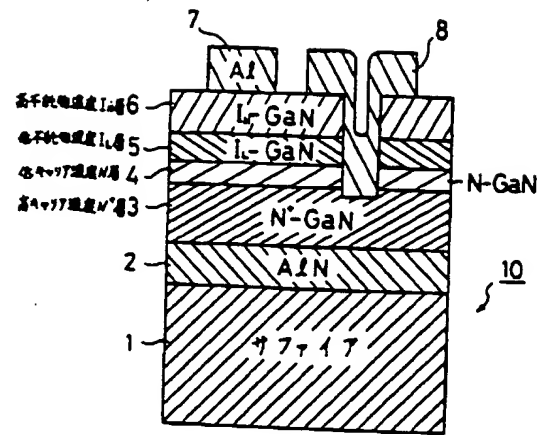
4…低キャリア濃度 $N$ 層

5…低不純物濃度 $I_L$ 層

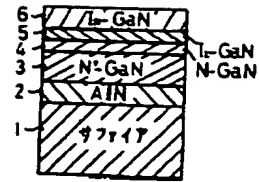
6…高不純物濃度 $I_H$ 層

7, 8…電極

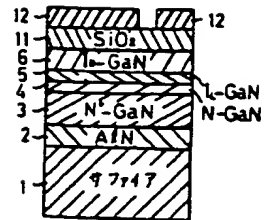
【図1】



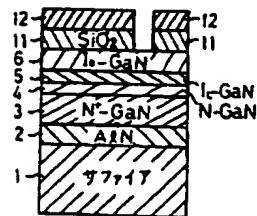
【図2】



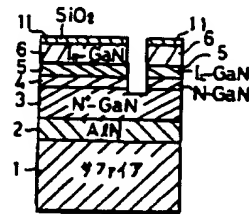
【図3】



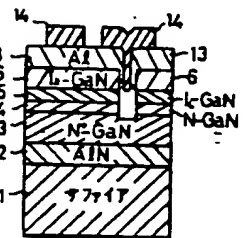
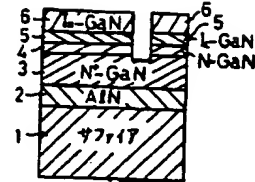
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 山崎 史郎

愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1

番地 豊田合成株式会社内

(72)発明者 梅崎 潤一

愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1

番地 豊田合成株式会社内